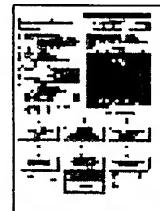


**The Delphion Integrated View**Buy Now:  PDF | File History | Other choicesTools: Add to Work File:  View: INPADOC | Jump to:  Go to: Derwent**②Title:** **JP08092371A2: RELEASABLE SILICONE COMPOSITION**

[Derwent Title]

②Country: JP Japan  
②Kind: A (See also: [JP03073893B2](#))  
②Inventor: OBA TOSHIO;  
AOKI SHUNJI;  
②Assignee: SHIN ETSU CHEM CO LTD  
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)  
②Published / Filed: 1996-04-09 / 1994-09-26  
②Application Number: JP1994000229625  
②IPC Code: IPC-7: [C08G 77/04](#); [C08L 83/04](#);  
②Priority Number: 1994-09-26 JP1994000229625  
②Abstract:  
PURPOSE: To obtain the subject composition capable of giving release films with low release force and low residual adhesion fall, useful for release paper, comprising the main component including an organopolysiloxane capable of forming cured releasable film and a component containing cyclosiloxane side chain.  
CONSTITUTION: This composition capable of giving release films with low release force at both low and high speed release and low residual adhesion fall, is obtained by incorporating 100 pts.wt. of the main component including an organopolysiloxane capable of forming releasable films after cured, composed of an organopolysiloxane having in one molecule at least two alkenyl groups bound to a Si atom and  $\geq 50$ cp in viscosity at 25° C, an organohydrogenpolysiloxane having in one molecule at least two H atoms bound to a Si atom, and a platinum-based addition reaction catalyst, with 0.1-50 pts.wt. of an organopolysiloxane as an ingredient 10-105cp in viscosity at 25° C having in one molecule at least one group of the formula ((m) is an integer of 2-12; (x) is an integer of 2-5) bound to a Si atom.  
COPYRIGHT: (C)1996,JPO



View Image

1 page

**②INPADOC Legal Status:** None Buy Now: Family Legal Status Report

②Family: Show 2 known family members

②Other Abstract Info: CHEMABS 125(08)088113X CAN125(08)088113X DERABS C96-236173  
DERC96-236173

Nominate this for the Gallery..

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-92371

(43)公開日 平成8年(1996)4月9日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 08 G 77/04 C 08 L 83/04	識別記号 NUA	府内整理番号 L R R	F I	技術表示箇所
---	-------------	-----------------	-----	--------

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全5頁)

(21)出願番号 特願平6-229625	(71)出願人 000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22)出願日 平成6年(1994)9月26日	(72)発明者 大庭 敏夫 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料 技術研究所内
	(72)発明者 青木 俊司 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料 技術研究所内
	(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54)【発明の名称】 剥離性シリコーン組成物

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 低速および高速の剥離時において剥離が軽く、しかも残留接着率の低下が少ない優れた剥離皮膜を与える剥離性シリコーン組成物を提供する。

【構成】 硬化して剥離性皮膜を形成するオルガノポリシロキサンを含む主成分100重量部と、1分子中に、少なくとも1個のケイ素原子に結合した下記(化1)に示される基(ここでmは2~12の整数、xは2~5の整数)、を有する25°Cの粘度が10~10<sup>3</sup> cpである添加成分のオルガノポリシロキサン0.1~50重量部とからなることを特徴とする剥離性シリコーン組成物。

【化1】

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 硬化して剥離性皮膜を形成するオルガノポリシロキサンを含む主成分100重量部と、1分子中に、少なくとも1個のケイ素原子に結合した下記(化1)に示される基(ここでmは2~12の整数、xは2~5の整数)、を有する25°Cの粘度が10~10<sup>3</sup>cpである添加成分のオルガノポリシロキサン0.1~50重量部とからなることを特徴とする剥離性シリコーン組成物。

【化1】



【請求項2】 硬化して剥離性皮膜を形成するオルガノポリシロキサンを含む主成分が、(A)1分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合したアルケニル基を有し、25°Cにおける粘度が50cp以上のオルガノポリシロキサン、(B)1分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合した水素原子を有するオルガノハイドロジェンポリシロキサン、(C)白金系付加反応触媒よりなることを特徴とする請求項1記載の剥離性シリコーン組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、低速及び高速剥離時に軽い剥離力で剥離し、かつ残留接着率の低下の少ない剥離皮膜を与える剥離紙用シリコーン組成物に関するもので、テープの背面処理剤やラベルの剥離ライナーとして利用可能な剥離性シリコーン組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、紙、加工紙、プラスチックフィルムなどの基材と粘着物質との接着、固着を防止することを目的として、基材面にシリコーン組成物の皮膜を形成し離型性を付与することが行われている。この場合、基材面にシリコーン皮膜を形成する方法としては、①白金系化合物を触媒として、脂肪族不飽和基を含有するオルガノポリシロキサンとオルガノハイドロジェンポリシロキサンとを付加反応させて離型性皮膜を形成する方法、②有機すず化合物などの有機酸金属塩触媒を使用してオルガノポリシロキサンを縮合反応させて離型性皮膜を形成する方法などが知られている。これらの方法に使用するシリコーン組成物は、いずれも加熱によって皮膜を形成させる熱キュータイプと称されるものであり、その性状によってシリコーンをトルエンなどの有機溶剤に溶解させた溶剤タイプ、水に分散させたエマルジョンタイプ、シリコーンのみからなる無溶剤タイプに分類される。さらに、これら剥離性シリコーン組成物においては、粘着紙製造時における巻き戻し工程、粘着ラベルの製造時におけるカス取り工程およびラベル貼付工程などでの作業性を向上させるためにフェニル基含有の非官能性オルガノポリシロキサンを添加して高速剥離時の軽剥

10

20

30

40

50

離化を図ることが特公平3-52498号公報に提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、剥離性シリコーン組成物にフェニル基含有の非官能性オルガノポリシロキサンを添加すると剥離力は低下するものの、非反応成分のブルーミングにより残留接着率も大幅に低下してしまうという問題点があり、作業性を向上させることができるのが困難であるのが現状である。本発明は、前記問題点を解決するためになされたもので、低速および高速の剥離時において剥離が軽く、しかも残留接着率の低下が少ない優れた剥離皮膜を与える剥離性シリコーン組成物を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、硬化して剥離性皮膜を形成するオルガノポリシロキサンを含む主成分100重量部と、1分子中に少なくとも1個のケイ素原子に結合した下記(化2)で示される基(ここでmは2~12の整数、xは2~5の整数)を有する25°Cの粘度が10~10<sup>3</sup>cpであるオルガノポリシロキサン0.1~50重量部とからなる剥離性シリコーン組成物が、低速および高速での剥離時において軽い剥離力を与えることができる上、残留接着率の低下が少ない剥離皮膜を与え、そのため粘着紙製造時における巻き戻し工程および粘着ラベルの製造時におけるカス取り工程、ラベル貼付工程などを高速化して工程を合理化し、作業性を向上させることができるを見出し、本発明を完成した。

【0005】

【化2】



【0006】本発明における主成分は、従来公知の剥離性組成物をそのまま使用することができるが、前述の付加反応型、縮合反応型組成物以外にも、例えばアクリルシリコーンを電子線で硬化させる組成物、アクリルシリコーンに光重合開始剤を添加したものを紫外線で硬化させる組成物なども用いることができる。このような組成物のなかで、付加反応型のものは剥離力が軽く、かつ残留接着率が高いことから、本発明においては、硬化して剥離性皮膜を形成する組成物の主成分として付加反応型のオルガノポリシロキサンを用いた。

【0007】本発明において主成分として使用可能な付加反応型オルガノポリシロキサン組成物は各々公知のもので、これは次の3成分からなる。

(A) 1分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合したアルケニル基を有し、25°Cにおける粘度が50cp以上のオルガノポリシロキサン

(B) 1分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合した水素原子を有するオルガノハイドロジエンポリシロキサン

(C) 白金系付加反応触媒

ここで(A)成分のオルガノポリシロキサンは、1分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合したアルケニル基を有するものである。アルケニル基としてはビニル基、アリル基、ヘキセニル基、ドセニル基などが例示され、経済性から好ましいアルケニル基としてはビニル基である。このアルケニル基はオルガノポリシロキサン中の全有機基に対して、0.05~50モル%、特に0.2~10モル%含有することが好ましい。アルケニル基含量が0.05モル%に満たないと実質的な硬化速度が得られない場合があり、50モル%を超えると合成が困難になる上、剥離力も重くなる。

【0008】ケイ素原子に結合するアルケニル基以外の有機基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基等のアリール基；あるいはこれらの炭素原子に結合した水素原子の一部または全部をハロゲン原子、シアノ基などで置換した同種または異種の置換または非置換の一価炭化水素基などが挙げられる。なおケイ素原子に結合するアルケニル基以外の有機基は、全有機基に対して50モル%がメチル基であることが好ましい。

【0009】このオルガノポリシロキサンは直鎖状であることが望ましく、その末端のケイ素原子に結合する置換基は、例えば、アルケニル基、アルキル基、水酸基、アルコキシ基等のいずれの基であってもよいが、アルケニル基を1個以上有することが好ましい。さらに、上記オルガノポリシロキサンは形成される皮膜の性能上、25°Cにおける粘度が50cp以上であれば、オイル状から生ゴム状のいずれの形態であってもよい。

【0010】(B)成分であるオルガノハイドロジエンポリシロキサンは、1分子中に少なくとも2個、好ましくは3個以上のケイ素原子に結合した水素原子を有するものである。ここで、オルガノハイドロジエンポリシロキサンのその他の有機基に特に制限はないが、全有機基の90モル%以上はメチル基であることが望ましい。このようなオルガノハイドロジエンポリシロキサンとしては、具体的に  $(CH_3)_2HSiO$  単位、  $HSiO_2$  単位、  $(CH_3)_2SiO_2$  単位、  $(CH_3)_3SiO_2$  単位からなるホモポリマーまたはコポリマーなどが例示され、これらは直鎖状、分岐鎖状、環状のいずれであってもよい。また、このオルガノハイドロジエンポリシロキサンは25°Cにおける粘度が10~500cp特に15~200cpであることが好ましい。

【0011】(B)成分のオルガノハイドロジエンポリシロキサンの配合量は(A)成分のアルケニル基含有オルガノポリシロキサンのアルケニル基量に応じて決められるが、(A)成分量の100重量部に対して0.1~30重量部の範囲とする必要がある。0.1重量部より少ないと

剥離性皮膜形成が損なわれ、30重量部より多いと剥離が重くなる。

【0012】(C)成分の白金系化合物は付加反応触媒として公知のものが使用可能で、例えば塩化白金酸、塩化白金酸のアルコール溶液やアルデヒド溶液、塩化白金酸と各種オレフィン、ビニルシロキサンとの錯体などが挙げられる。なお、白金系化合物の添加量は触媒量とすればよいが、良好な硬化皮膜を得るとともに経済的な見地から(A)成分100重量部に対して白金量換算で1~1,000ppmの範囲とすることが好ましい。

【0013】以上のようなオルガノポリシロキサン組成物よりなる主成分に以下の添加成分が組み合わせられる。本発明の添加成分は1分子中に少なくとも1個のケイ素原子に結合した下式

【0014】

【化3】



で示される基（ここでmは2~12の整数、xは2~5の整数）を有するオルガノポリシロキサンである。好ましいシクロシロキサンベンダントを含有するオルガノポリシロキサンは下記一般式で示される。

【0015】

【化4】

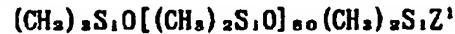


（ここでRは少なくとも1個が（化1）で示される基であり、残りのRは同一または異種のアルキル基、アリール基、アルコキシ基、水酸基の中から選択される置換基であり、nは正の整数である。）シクロシロキサンベンダントを含有するオルガノポリシロキサンの25°Cの粘度は10~10<sup>3</sup> cpが好ましい。シクロシロキサンベンダントを含有するオルガノポリシロキサンの25°Cの粘度が10cp未満になると剥離を軽くする効果が少なく、10<sup>3</sup> cpより大きいと高速で剥離させた場合、剥離を軽くする効果を得ることが困難になる。

【0016】このようにシクロシロキサンベンダントを含有するオルガノポリシロキサンはオルガノハイドロジエンポリシロキサンにアルケニル基を1個有するシクロジオルガノシロキサンを白金系触媒を用いて付加反応させて得ることができる。その具体例としては下式（化5）、（化6）、（化7）、（化8）、（化9）、（化10）が例示される。

【0017】

【化5】



【化6】

5



【化7】



6

\*【化8】



【化9】

\*



【化10】



10

【0018】添加成分のシクロシロキサンベンダントを含有するオルガノポリシロキサンの配合量は主成分の組成物100重量部に対して0.1～50重量部、好ましくは1～20重量部である。0.1重量部より少ないと剥離を軽くする効果が得られず、50重量部より多いと残留接着率が低下する。上記組成物にその他の任意成分を添加することは自由であり、例えば白金系化合物の触媒活性を抑制する目的で各種有機窒素化合物、有機りん化合物、アセチレン系化合物、有機クロロ化合物等の活性抑制剤を必要に応じて添加してもよい。

【0019】本発明のシリコーン組成物を使用して、剥離紙を製造する方法は、上述の主成分と添加成分の所定量を混合し、これを紙、プラスチックフィルム等の基材に塗布し、次いで、常法に従い加熱硬化することによって目的の剥離紙を得ることができる。なお上記成分の混合方法に特に制限はないが、白金触媒を最後に添加することが好適である。なお各成分は単一の化合物であっても、2種以上の混合物であっても差支えない。また本発明の組成物をそのまま使用してもよいが、トルエン、キシレン、ヘキサン、ヘブタンなどの有機溶剤で希釈して使用することも可能である。

【0020】

【実施例】以下に実施例及び比較例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。なお、以下の例において粘度は全て25°Cの値である。またシリコーン組成物の剥離力、残留接着率は下記の方法により測定した。

【0021】(剥離力) 本発明の剥離性シリコーン組成物を薄膜状フィルム又はシート状の基材表面に所定量塗布し、所定温度の熱風式乾燥機中で所定時間加熱して硬化皮膜を形成させた後、この硬化皮膜面にアクリル系溶剤粘着剤・オリバインBPS-5127〔東洋インキ製造(株)製〕又はアクリルエマルジョン型粘着剤・オリバインBPW-3110H〔東洋インキ製造(株)製〕を塗布して100°Cで3分間加熱処理した。次に、この処理面に坪量64g/m<sup>2</sup>の上質紙を貼りあわせ、25°C、20時間エイジングさせた後、試料を5cm幅に切断し、引張り試験機を用いて180°の角度で剥離速度0.3m/min、60m/minで貼り

合わせ紙を引張り、剥離させるのに要する力(g)を測定した。

【0022】(残留接着率) 剥離力測定の場合と全く同様にして基材表面にシリコーン組成物の硬化皮膜を形成させた後、その表面にポリエステルテープ・ルミラー31B〔日東電工(株)製〕を貼り合わせ、20g/cm<sup>2</sup>の加重をのせて70°Cで20時間加熱エイジングさせた後、テープを剥し、ステンレス板に貼り付けた。次に、この処理紙をステンレス板から180°の角度で剥離速度0.3m/minで剥し、剥離させるのに要する力(g)を測定すると共に、別途未処理の標準テープをステンレス板から剥離させるのに要する力(g)を測定し、これらの比をとって百分率で表した。

【0023】(実施例1) 分子鎖末端がジメチルビニルシリル基で封鎖された粘度400cpのジメチルポリシロキサンを100重量部、分子鎖末端がトリメチルシリル基で封鎖され、ジメチルシロキサン単位を20モル%含有する粘度が20cpのメチルハイドロジェンポリシロキサン2.0重量部、前出の分子鎖末端にシクロシロキサンを有するジメチルポリシロキサン(化5)10重量部、1-エチニル-1-シクロヘキサノール0.25重量部を混合して均一に攪拌し、更に白金とビニルシロキサンとの錯体を白金量換算で100ppmとなるように添加してシリコーン組成物を調製した。次に、この組成物をポリエチレンラミネート紙にシリコーン塗布量が0.8g/m<sup>2</sup>となるように塗布して140°Cで30秒間キュアーさせ、これらの剥離力、残留接着率を測定した。その結果を表1に示す。

【0024】(実施例2) 分子鎖末端がジメチルビニルシリル基で封鎖され、メチルビニルシロキシ単位が1.5モル%のゴム状のメチルビニルジメチルポリシロキサン100重量部、分子鎖末端がトリメチルシリル基で封鎖された粘度が30cpのメチルハイドロジェンポリシロキサン2.4重量部、前出の分子鎖末端および側鎖にシクロシロキサンを有するジメチルジフェニルポリシロキサン(化9)20重量部、1-エチニル-1-シクロヘキサノール0.25重量部をトルエン900重量部に溶解させ、更に白金とビニルシロキサンとの錯体を全系に対し白金量換算で100ppmとなるように添加してシリコーン組成物を調製した。次に、この組成物をポリエチレンラミネート紙にシリコーン塗布量が0.8g/m<sup>2</sup>となるように塗布して140°Cで30秒間キュアーさせ、これらの剥離力、残留接着率を測定した。その結果を表1に示す。

【0025】(比較例1) 実施例1で分子鎖末端にシクロシロキサンを有するジメチルポリシロキサン(化5)を配合しないこと以外は全く実施例1と同様にしてシリコーン組成物を調製し、実施例1と同様に塗布皮膜を形成させ、これらの剥離力、残留接着率を測定した。その結果を表1に示す。

【0026】(比較例2) 実施例2で分子鎖末端及び側\*

\* 鎮にシクロシロキサンを有するジメチルジフェニルポリシロキサンを60重量部配合したこと以外は全く実施例2と同様にしてシリコーン組成物を調製し、実施例2と同様に塗布皮膜を形成させ、これらの剥離力、残留接着率を測定した。その結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

粘着剤	剥離速度 (m/min)	実施例		比較例	
		1	2	1	2
BPS-5127	0.3	20	13	65	6
	60	150	100	360	80
BPW- 3110H	0.3	10	8	25	5
	60	90	100	310	90
残留接着率(%)		95	90	100	70

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の剥離性シリコーン組成物は、低速及び高速での剥離時に軽く剥離させることができる上、残留接着率の低下が少ない剥離皮膜を与える。従って、本発明の組成物を用いることに

より、粘着紙製造時における巻き戻し工程及び粘着ラベルの製造時におけるカス取り工程、ラベル貼付工程等の高速化が可能で、工程を合理化して作業性を向上させることができる。